

13.11.03

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

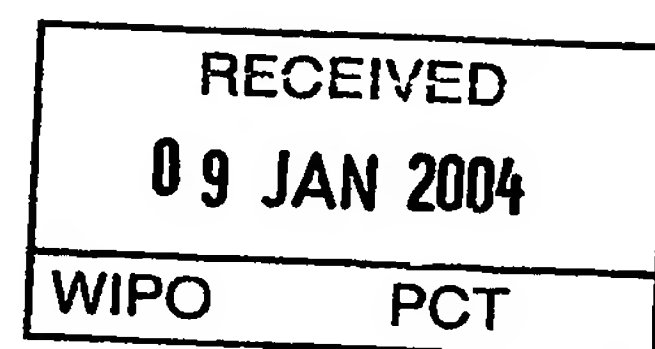
This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2003年 6月20日

出 願 番 号
Application Number: 特願2003-176115

[ST. 10/C]: [JP 2003-176115]

出 願 人
Applicant(s): 株式会社ホソカワ粉体技術研究所

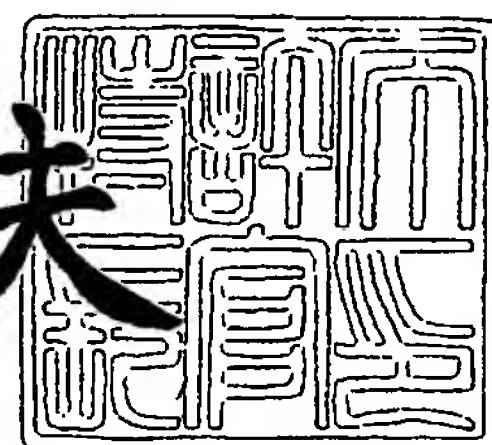


PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年12月22日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 T103055200

【提出日】 平成15年 6月20日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 B01J 19/00

【発明の名称】 粉体処理方法、及び、粉体処理装置

【請求項の数】 12

【発明者】

 【住所又は居所】 大阪府茨木市穂積台 3 番地 グラントムール茨木 7 0 7

 【氏名】 内藤 牧男

【発明者】

 【住所又は居所】 大阪府箕面市小野原東 4 - 2 0 - 3 メゾンソシアル A

 1 0 1

 【氏名】 阿部 浩也

【発明者】

 【住所又は居所】 大阪府池田市城南 3 丁目 5 - 3 - 3 0 9

 【氏名】 野城 清

【発明者】

 【住所又は居所】 大阪府豊中市上野東 3 丁目 1 1 - 3

 【氏名】 細川 益男

【特許出願人】

 【識別番号】 502360363

 【住所又は居所】 大阪府大阪市中央区瓦町二丁目五番十四号

 【氏名又は名称】 株式会社ホソカワ粉体技術研究所

【代理人】

【識別番号】 100107308

【住所又は居所】 大阪府大阪市北区豊崎 5 丁目 8 番 1 号

【弁理士】

【氏名又は名称】 北村 修一郎

【電話番号】 06-6374-1221

【選任した代理人】

【識別番号】 100114959

【住所又は居所】 大阪府大阪市北区豊崎 5 丁目 8 番 1 号

【弁理士】

【氏名又は名称】 山▲崎▼ 徹也

【電話番号】 06-6374-1221

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 049700

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0217685

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 粉体処理方法、及び、粉体処理装置

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 被処理粉体に機械的な力を付与して活性化させる機械的処理を含む粉体処理方法であって、

前記機械的処理を行いながら、前記被処理粉体に励起エネルギーを付与する励起処理を含む粉体処理方法。

【請求項 2】 前記機械的処理として、前記被処理粉体に圧縮力とせん断力とを付与して摩砕する摩砕処理を含む請求項 1 に記載の粉体処理方法。

【請求項 3】 前記励起エネルギーとして放電プラズマを用いる請求項 1 又は 2 に記載の粉体処理方法。

【請求項 4】 前記機械的処理及び前記励起処理において、前記被処理粉体に別物質を接触させることで、前記被処理粉体に前記別物質を複合化して複合粉体を得る請求項 1 から 3 の何れか 1 項に記載の粉体処理方法。

【請求項 5】 前記被処理粉体が酸化チタン粉体であり、前記別物質が窒素元素である請求項 4 に記載の粉体処理方法。

【請求項 6】 前記機械的処理及び前記励起処理において、前記酸化チタン粉体に、窒素ガス又は窒素化合物を供給して、前記酸化チタン粉体に窒素元素を接触させることで、前記複合粉体として窒素含有酸化チタン粉体を得る請求項 5 に記載の粉体処理方法。

【請求項 7】 被処理粉体が内部に供給される有底円筒状の容器部材と、前記容器部材の内面である堆積面に対向配置され凸状に湾曲する摩砕面を有する摩砕部材と、前記容器部材及び前記摩砕部材を相対回転させる回転駆動手段とを備え、前記堆積面に対して前記摩砕面を前記堆積面に沿って相対移動させることで、前記堆積面と前記摩砕面との間隙で前記被処理粉体に圧縮力とせん断力とを付与して摩砕する粉体処理装置であって、

前記堆積面に対向配置された励起エネルギー供給部から、前記堆積面に堆積している前記被処理粉体に、励起エネルギーを付与可能な励起処理手段を備えた粉体処理装置。

【請求項 8】 前記励起処理手段が、前記励起エネルギーとして放電プラズマを前記被処理粉体に照射するように構成されている請求項 7 に記載の粉体処理装置。

【請求項 9】 前記放電プラズマの前記被処理粉体に対する照射範囲を制限するための磁界を形成する磁界形成手段を備えた請求項 8 に記載の粉体処理装置。

【請求項 1 0】 前記容器部材及び前記摩砕部材を密閉状態で収容するケーシング内部を大気圧未満に減圧可能な減圧手段を備えた請求項 7 から 9 の何れか 1 項に記載の粉体処理装置。

【請求項 1 1】 前記容器部材及び前記摩砕部材を密閉状態で収容するケーシング内部に所定の処理ガスを供給可能なガス供給手段を備えた請求項 7 から 1 0 の何れか 1 項に記載の粉体処理装置。

【請求項 1 2】 前記励起処理手段が、前記励起エネルギー供給部として前記摩砕面から前記励起エネルギーを前記被処理粉体に照射するように構成されている請求項 7 から 1 1 の何れか 1 項に記載の粉体処理装置。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】

本発明は、被処理粉体に機械的な力を付与して活性化させる機械的处理として、特に、被処理粉体に圧縮力とせん断力とを付与して摩砕する摩砕処理を含む粉体処理方法、及び、被処理粉体が内部に供給される有底円筒状の容器部材と、前記容器部材の内面である堆積面に対向配置され凸状に湾曲する摩砕面を有する摩砕部材と、前記容器部材及び前記摩砕部材を相対回転させる回転駆動手段とを備え、前記堆積面に対して前記摩砕面を前記堆積面に沿って相対移動させることで、前記堆積面と前記摩砕面との間隙で前記被処理粉体に圧縮力とせん断力とを付与して摩砕する粉体処理装置に関する。

【0 0 0 2】

【従来の技術】

従来、上記のような被処理粉体に圧縮力とせん断力とを付与して摩砕する摩砕

処理可能な粉体処理装置として、被処理粉体が内部に供給される有底円筒状の容器部材と、容器部材の内面である堆積面に対向配置され凸状に湾曲する摩砕面を有する摩砕部材と、容器部材及び摩砕部材を相対回転させる回転駆動手段とを備え、堆積面に対して摩砕面を堆積面に沿って相対移動させることで、堆積面と摩砕面との間隙で被処理粉体に圧縮力とせん断力とを付与して摩砕するように構成されたものが知られている（例えば、特許文献 1、2、及び、3 参照。）

また、上記特許文献 3 には、ステンレススチール等の金属粉体に窒化珪素又はジルコニア等のセラミックスの微粉体を加え、かかる粉体処理装置により、強力な圧縮力とせん断力とを付与させて摩砕混合することで、金属粒子を核として該表面に金属粉体とセラミックスの微粉体との混合物による被覆層を形成させて複合化する技術について開示されている。

【0 0 0 3】

また、被処理粉体に別物質を複合化させた複合粉体として、例えば、酸化チタン粉体に窒素元素を複合化させた窒素含有酸化チタン粉体があり、このような窒素含有酸化チタン粉体は光触媒として機能することが知られている。

【0 0 0 4】

このように被処理粉体に別物質を複合化させて複合粉体を製造する粉体処理方法としては、酸化チタン粉体と窒素化合物である尿素とを攪拌混合することで、酸化チタン粉体に尿素を吸着させ、後に加熱する方法（例えば、特許文献 4 参照。）や、酸化チタン粉体をターゲットとして窒素を含むガス中でスパッタリングする方法（例えば、特許文献 5 参照。）や、酸化チタン粉体を窒素プラズマ処理する方法（例えば、特許文献 5 及び 6 参照。）等が知られている。

【0 0 0 5】

【特許文献 1】

特開昭 6 3 - 4 2 7 2 8 号公報

【特許文献 2】

特開平 6 - 1 3 4 2 7 4 号公報

【特許文献 3】

特開平 5 - 3 1 7 6 7 9 号公報

【特許文献 4】

特開 2 0 0 2 - 1 5 4 8 2 3 号公報

【特許文献 5】

特開 2 0 0 0 - 1 4 0 6 3 6 号公報

【特許文献 6】

特開平 1 1 - 4 3 7 5 9 号公報

【0 0 0 6】

【発明が解決しようとする課題】

上述の特許文献 1 ～ 3 に記載された粉体処理装置では、金属酸化物等の被処理粉体は、摩砕されて表面が比較的活性が高い状態となっているものの、そのままでは、その酸化チタン粉体等の被処理粉体に窒素等の別物質を複合化させて複合化粒子を得ることは困難であった。

【0 0 0 7】

また、上述の特許文献 4 に記載された粉体処理方法においては、尿素中の窒素を酸化チタン粉体に複合化させるために、該粉体全体を、例えば 3 0 分間 5 0 0 ℃程度に加熱しておく必要があり、加熱炉等が必要となり処理装置が煩雑となるうえに、甚大な処理時間を必要とする。また、窒素のような軽元素は数百℃以上の熱処理で脱離することから効率的な処理方法ではない。

また、上述の特許文献 4 ～ 6 に記載された粉体処理方法においては酸化チタン粉体等の被処理粉体の表面に吸着有機物が存在していると、別物質の金属酸化物粒子への複合化が阻害されて、歩留まりの悪化を招くことになり、更に、スパッタリング処理等だけでは、均質且つ効率良く複合粉体を得ることができなかった。

【0 0 0 8】

従って、本発明は、上記の事情に鑑みてなされたものであり、その目的は、簡単且つ高効率に金属酸化物等の被処理粉体に所定の別物質を複合化させて複合粉体を得ることができる技術を提供する点にある。

【0 0 0 9】

【課題を解決するための手段】

上記目的を達成するための本発明に係る粉体処理方法の第 1 特徴構成は、被処理粉体に機械的な力を付与して活性化させる機械的処理を含む粉体処理方法であって、

前記機械的処理を行いながら、前記被処理粉体に励起エネルギーを付与する励起処理を含む点にある。

尚、本願において、励起エネルギーとは、被処理粉体を特定の励起状態に移行するために必要なエネルギーであり、これらは放電プラズマによる電氣的処理や光やマイクロ波等の電磁波、インダクティングヒーティング等の他の電氣的手段により与えられるものである。

【0 0 1 0】

上記粉体処理方法の第 1 特徴構成によれば、上記機械的処理を行うことで、被処理粉体に、圧縮力、せん断力、衝撃力等の機械的な力を付与することで、被処理粉体の表面を、例えば結晶の歪や新生面の形成により、別物質の複合化を良好に受け入れることができる活性面に維持することができる。

よって、このような機械的処理を行いながら、上記励起処理を行うことで、被処理粉体を一層活性化した状態に励起することができ、例えば、短時間で、被処理粉体表面を有機付着物等が殆ど付着せず、別物質が複合化しやすい状態とすることができる。

従って、機械的処理と励起処理とを同時に行うという簡単な構成で、被処理粉体に別物質が極めて複合化しやすい状態とすることができる。

尚、本願において「別物質」とは、上記被処理粉体とは別の物質を示し、別物質は、単元素、化合物、複合体等のいかなる形態のものでも構わない。

【0 0 1 1】

本発明に係る粉体処理方法の第 2 特徴構成は、上記粉体処理方法の第 1 特徴構成に加えて、前記機械的処理として、前記被処理粉体に圧縮力とせん断力とを付与して摩砕する摩砕処理を含む点にある。

【0 0 1 2】

上記粉体処理方法の第 2 特徴構成によれば、上記摩砕処理を行うことで、被処理粉体の粒径を均等なものとしながら、被処理粉体が凝集することを抑制して、

被処理粉体が別物質と接触する機会を高め、更に、被処理粉体の表面を、不純物の付着が極めて少なく、別物質の複合化を良好に受け入れることができる新生面に維持することができる。よって、このような摩砕処理を行いながら、上記励起処理を行うことで、被処理粉体を一層活性化した状態に励起することができ、例えば、短時間で、被処理粉体表面を有機付着物等が殆ど付着せず、別物質が複合化しやすい状態とすることができる。

従って、摩砕処理と励起処理とを同時に行うという簡単な構成で、被処理粉体に別物質が極めて複合化しやすい状態とすることができる。

【0013】

本発明に係る粉体処理方法の第3特徴構成は、上記粉体処理方法の第1又は2特徴構成に加えて、前記励起エネルギーとして放電プラズマを用いる点にある。

【0014】

励起処理においては、励起エネルギーとして電子を照射する電子励起、励起エネルギーとして紫外光やマイクロ波等の電磁波を照射する電磁波励起等を行うことができるが、上記粉体処理方法の第3特徴構成によれば、励起エネルギーとしてグロー放電やアーク放電による放電プラズマを照射して被処理粉体を励起することで、簡単且つ効率良く被処理粉体を励起させることができ、例えば、被処理粉体に対して別物質をスパッタリングして複合化させることができる。

【0015】

本発明に係る粉体処理方法の第4特徴構成は、上記粉体処理方法の第1から第3の何れかの特徴構成に加えて、前記機械的処理及び前記励起処理において、前記被処理粉体に別物質を接触させることで、前記被処理粉体に前記別物質を複合化して複合粉体を得る点にある。

【0016】

上記粉体処理方法の第4特徴構成によれば、摩砕処理等の機械的処理と励起処理とを同時に行いながら、別物質を被処理粉体に接触させることで、摩砕及び励起された被処理粉体に別物質を極めて良好に複合化させて、効率良く、複合粉体を得ることができる。

【0017】

本発明に係る粉体処理方法の第 5 特徴構成は、上記粉体処理方法の第 4 特徴構成に加えて、前記被処理粉体が酸化チタン粉体であり、前記別物質が窒素元素である点にある。

【0 0 1 8】

上記粉体処理方法の第 5 特徴構成によれば、これまで説明してきたように効率良く、酸化チタン粒子に窒素を複合化させることができ、光触媒として機能する窒素含有酸化チタン粒子を得ることができる。

【0 0 1 9】

本発明に係る粉体処理方法の第 6 特徴構成は、上記粉体処理方法の第 5 特徴構成に加えて、前記機械的処理及び前記励起処理において、前記酸化チタン粉体に、窒素ガス又は窒素化合物を供給して、前記酸化チタン粉体に窒素元素を接触させることで、前記複合粉体として窒素含有酸化チタン粉体を得る点にある。

【0 0 2 0】

上記粉体処理方法の第 6 特徴構成によれば、被処理粉体に対して、窒素ガスやアンモニアガス等の窒素化合物ガスを供給したり、尿素粒子等の窒素化合物粉体を混合したりすることで、被処理粉体に窒素元素を接触させて、この状態で摩砕処理等の機械的処理及び励起処理を行うことで、被処理粉体に窒素元素の反応種（ラジカル）が形成され、窒素元素を良好に被処理粉体に複合化し窒素含有酸化チタン粉体を得ることができる。

【0 0 2 1】

上記目的を達成するための本発明に係る粉体処理装置は、上記本発明に係る粉体処理方法を好適に実施可能に構成され、その第 1 特徴構成は、被処理粉体が内部に供給される有底円筒状の容器部材と、前記容器部材の内面である堆積面に対向配置され凸状に湾曲する摩砕面を有する摩砕部材と、前記容器部材及び前記摩砕部材を相対回転させる回転駆動手段とを備え、前記堆積面に対して前記摩砕面を前記堆積面に沿って相対移動させることで、前記堆積面と前記摩砕面との間隙で前記被処理粉体に圧縮力とせん断力とを付与して摩砕する粉体処理装置であって、

前記堆積面に対向配置された励起エネルギー供給部から、前記堆積面に堆積して

いる前記被処理粉体に、励起エネルギーを付与可能な励起処理手段を備えた点にある。

【0022】

上記粉体処理装置の第1特徴構成によれば、上記回転駆動手段により上記容器部材及び上記摩砕部材を相対回転させて、容器部材内面の堆積面に対して摩砕部材に形成された摩砕面を堆積面に沿って相対移動させることで、上記容器部材に供給され堆積面に堆積している被処理粉体を、摩砕面との間隙で、圧縮力とせん断力とを付与して摩砕する摩砕処理を行うことができ、被処理粉体の粒径を均等なものとしながら、被処理粉体が凝集することを抑制することができ、例えば、被処理粉体が別物質と接触する機会を高めることができる。

更に、被処理粉体を摩砕処理することで、被処理粉体表面の不純物の付着が極めて少なく活性化した状態とすることができ、例えば、被処理粉体の表面に被処理粉体と接触状態にある別物質の複合化を良好に受け入れることができる新生面を継続して形成することができる。

更に、その別物質が被処理粉体に混合された固体の化合物粉体中のものであれば、その固体化合物粉体を被処理粉体に押し当てて、別物質の被処理粉体への侵入を促進することができる。

【0023】

そして、このように摩砕され別物質が複合化しやすい状態の被処理粉体に対して、上記励起処理手段により励起エネルギーを付与することで、被処理粉体を構成する被処理粉体等を一層活性化させることができ、例えば、その被処理粉体と接触状態にある別物質を、被処理粉体に良好に複合化させることができ、効率良く複合粉体を得ることができる。

従って、上記のように圧縮力とせん断力との機械的エネルギーに加えて、励起エネルギーを同時付与することが可能となり、これまで説明してきた本発明に係る粉体処理方法を実施することができ、例えば、被処理粉体にそれと接触状態にある別物質を効率良く複合化させることができる粉体処理装置を実現することができる。

【0024】

本発明に係る粉体処理装置の第2特徴構成は、上記粉体処理装置の第1特徴構成に加えて、前記励起処理手段が、前記励起エネルギーとして放電プラズマを前記被処理粉体に照射するように構成されている点にある。

【0025】

上記粉体処理装置の第2特徴構成によれば、励起処理手段により、励起エネルギーである源であるグロー放電、アーク放電、スパーク放電による放電プラズマを照射して被処理粉体を励起することで、簡単且つ効率良く被処理粉体を励起させることができ、例えば、被処理粉体に対して別物質をスパッタリングして複合化させることができる。

【0026】

本発明に係る粉体処理装置の第3特徴構成は、上記粉体処理装置の第2特徴構成に加えて、前記放電プラズマの前記被処理粉体に対する照射範囲を制限するための磁界を形成する磁界形成手段を備えた点にある。

【0027】

上記粉体処理装置の第3特徴構成によれば、上記励起処理手段が励起エネルギーとして放電プラズマを被処理粉体に照射する場合において、上記磁界形成手段を備えることで、被処理粉体における放電プラズマの照射範囲を局所的なものに制限することができ、比較的小さいエネルギーでも、効率良く被処理粉体を励起させ、例えば、被処理粉体に接触する別物質を効率良く被処理粉体に複合化させることができる。

【0028】

本発明に係る粉体処理装置の第4特徴構成は、上記粉体処理装置の第1から第3の何れかの特徴構成に加えて、前記容器部材及び前記摩砕部材を密閉状態で収容するケーシング内部を大気圧未満に減圧可能な減圧手段を備えた点にある。

【0029】

上記粉体処理装置の第4特徴構成によれば、上記減圧手段を設けることで、上記容器部材及び摩砕部材を密閉状態の上記ケーシング内に配置して、そのケーシング内を減圧可能に構成することができ、大気圧未満に減圧されたケーシング内で効率良く放電プラズマ等の励起エネルギーを付与することができる。

また、ケーシング内を減圧せずに大気圧とし、励起処理手段により、グロー放電プラズマ等の励起エネルギーを付与しても構わない。

【0 0 3 0】

本発明に係る粉体処理装置の第 5 特徴構成は、上記粉体処理装置の第 1 から第 4 の何れかの特徴構成に加えて、前記容器部材及び前記摩砕部材を密閉状態で収容するケーシング内部に所定の処理ガスを供給可能なガス供給手段を備えた点にある。

【0 0 3 1】

上記粉体処理装置の第 5 特徴構成によれば、上記ガス供給手段を設けることで、上記容器部材の被処理粉体の処理に必要な処理ガスを、上記ケーシング内に供給して、被処理粉体に接触させることができる。

また、励起エネルギーとして放電プラズマを容器部材内に供給され摩砕処理されている被処理粉体に照射して、被処理粉体に別物質を複合化する場合において、高エネルギーイオン源となるアルゴンガスやヘリウムガス、上記別物質としての窒素等を含む窒素ガス又はアンモニアガス等の化合物ガス等の所定の処理ガスを容器内に供給して、その処理ガスを良好に被処理粉体に接触させ、複合化することができる。

【0 0 3 2】

本発明に係る粉体処理装置の第 6 特徴構成は、上記粉体処理装置の第 1 から第 5 の何れかの特徴構成に加えて、前記励起処理手段が、前記励起エネルギー供給部として前記摩砕面から前記励起エネルギーを前記被処理粉体に照射するように構成されている点にある。

【0 0 3 3】

上記粉体処理装置の第 6 特徴構成によれば、摩砕部材に形成された摩砕面を、上記励起エネルギー供給部として利用して、堆積面と摩砕面との間隙で摩砕されている被処理粉体に対して摩砕処理と同時に励起エネルギーを供給して励起処理可能となり、励起エネルギー供給部として摩砕部材とは別の部材を設置する必要がなく、装置構成を簡素化することができる。更に、堆積面と摩砕面との間隙で被処理粉体中の被処理粉体を摩砕した瞬間に励起エネルギーを付与することができるので

、摩砕により被処理粉体表面に新生面が形成された瞬間に、別物質を良好に複合化させることができる。

【0034】

【発明の実施の形態】

以下に本発明の実施の形態を図面に基づいて説明する。

本発明に係る粉体処理方法は、酸化チタン等の被処理粉体の表面を十分に活性化し、更に、その被処理粉体に、窒素元素等の別物質を、簡単且つ高効率に複合化させて、窒素含有酸化チタン等の複合粉体を得るものである。

詳述すると、粉体処理方法では、被処理粉体に対して、圧縮力、せん断力、衝撃力の少なくとも1つの機械的な力を付与することで、被処理粉体の表面に少なくとも歪を発生させて、被処理粉体表面を活性化させ、更には、攪拌により被処理粉体同士の凝集を抑制しながら、放電プラズマ、又は電磁波（例えば、紫外光、レーザ、マイクロ波）等の励起エネルギーを付与して被処理粉体を活性化させる励起処理を行って、被処理粉体を他の別物質が複合化しやすい状態にまで十分に活性化させるように構成されている。

よって、粉体処理方法は、機械的処理及び励起処理において、被処理粉体に別物質を接触させることで、被処理粉体に良好に別物質を複合化して複合粉体を得ることができる。

【0035】

更に、上記機械的処理として、被処理粉体に対して圧縮力とせん断力との両方を付与して、被処理粉体を摩砕する摩砕処理を行うことで、被処理粉体の粒径を均等なものとしながら、被処理粉体の表面に新生面を形成することができ、被処理粉体表面を一層活性化させて、別物質が一層複合化しやすい状態とすることができる。

【0036】

また、粉体処理方法において、酸化チタン粉体に窒素元素を複合化して窒素含有酸化チタン粉体を得る場合には、上記摩砕処理等の機械的処理及び上記励起処理において、酸化チタン粉体に、窒素ガスやアンモニアガス等の窒素化合物ガスを供給したり、尿素粒子等の窒素化合物粉体を混合したりすることで、酸化チタ

ン粉体に窒素元素を接触させることができ、酸化チタン粉体に窒素元素を複合化して窒素含有酸化チタン粉体を得ることができる。

【0 0 3 7】

また、粉体処理方法においては、適宜、摩砕処理等の機械的処理及び励起処理を、減圧雰囲気下で行ったり、かかる処理に用いられる処理ガス雰囲気下で行うことができる。

【0 0 3 8】

〔粉体処理装置〕

次に、上記粉体処理方法を好適に実行可能な本発明に係る粉体処理装置の構成について、図 1 及び図 2 に基づいて説明する。

粉体処理装置は、図 1 に示すように、主に、基台 1 に設置された略円筒形状のケーシング 2、及び、当該ケーシング 2 の内部に設けられた有底略円筒状の容器部材 3、当該容器部材 3 との間隙 7 に圧縮力とせん断力を発生させて被処理粉体 4 を機械的処理としての摩砕処理すべく、容器部材 3 の内部に配設され上記ケーシング 2 に固定された支持部 6 に固設され、上記容器部材 3 の内面である堆積面 3 a に対向して凸状に湾曲した摩砕面 5 a を有する摩砕部材としてのプレスヘッド 5 とからなる。前記被処理粉体 4 は、通常、粉体状の原料を用いるが、スラリー原料や懸濁液状の原料を用いることも可能である。

【0 0 3 9】

前記容器部材 3 は、ケーシング 2 にシール状態で軸受けされた軸体 1 5 に固設されて軸心周りに回転自在に構成され、更に、上記軸体 1 5 を回転駆動するベルト及びモータ等からなる回転駆動手段 1 6 が設けられている。

【0 0 4 0】

上記回転駆動手段 1 6 によって上記軸体 1 5 を回転駆動することで、上記容器部材 3 を、ケーシング 2 に固定されたプレスヘッド 5 に対して相対回転させて、容器部材 3 の内面である堆積面 3 a に対して、プレスヘッド 5 の摩砕面 5 a を、堆積面 3 a に沿って相対移動させることができる。よって、堆積面 3 a と摩砕面 5 a との間隙 7 にある被処理粉体 4 を、圧縮力とせん断力とを付与し摩砕面 5 a により体積面 3 a に押し付けながら擦りつけて摩砕させることができる。

【0041】

尚、堆積面 3 a と摩砕面 5 a との間隙 7 の幅は、例えば $500\mu\text{m}$ 程度～ 10mm 程度の範囲内に設定することで、被処理粉体 4 を良好に摩砕処理することができる。

また、摩砕面 5 a と堆積面 3 a との相対移動の速度は、上記回転駆動手段 16 による回転速度を調整することにより調整可能であるが、その速度を上記回転駆動手段 16 の回転能力以上としたい場合には、容器部材 3 の内径を拡大して、相対移動速度を稼ぐことができる。

【0042】

更に、粉体処理装置には、容器部材 3 の堆積面 3 a に対向配置された励起エネルギー供給部として上記プレスヘッド 5 の摩砕面 5 a から、堆積面 3 a に堆積している被処理粉体 4 に、励起エネルギーとしての放電プラズマを付与可能な励起処理手段 20 が設けられている。

【0043】

詳しくは、励起処理手段 20 は、ケーシング 2 に対して絶縁状態とされたプレスヘッド 5 に接続された導線 22 と、ケーシング 2 に対して接続された導線 23 との間に、電源部 21 により電圧を交流印加して、プレスヘッド 5 の摩砕面 5 a と、ケーシング 2 に対して導通状態である容器部材 3 の堆積面 3 a との間隙 7 に、グロー放電又はアーク放電により放電プラズマを発生させるように構成されており、よって、堆積面 3 a と摩砕面 5 a との間隙 7 で摩砕処理がされている被処理粉体 4 には、上記励起処理手段 20 により発生された放電プラズマが照射されることになる。

【0044】

従って、かかる粉体処理装置により、被処理粉体 4 に対して摩砕処理及び励起処理を同時に行うことができ、更に、この被処理粉体 4 に所定の別物質を接触させながら処理を行うことで、摩砕及び励起された被処理粉体 4 に別物質を極めて良好に複合化させて、効率良く、複合粉体を得ることができる。

更に、上記別物質が、尿素等のように、固体の化合物であれば、その化合物粉体を被処理粉体 4 と混合した状態で、容器部材 3 内に投入して処理することで、

被処理粉体 4 に別物質を複合化して複合粉体を得ることができる。

【 0 0 4 5 】

粉体処理装置には、効率良く上記放電プラズマを発生させるために、容器部材 3 及びプレスヘッド 5 を密閉状態で収容するケーシング 2 内部を大気圧未満に減圧可能な減圧手段としての減圧ポンプ 2 7 が設けられている。例えば、放電プラズマ中の電子の加速距離は圧力に依存することから、上記ケーシング 2 内の圧力を 5 0 P a 以下とすることで、電子の加速距離が容器部材 3 のサイズを超え、容器部材 3 内全体を放電プラズマ場とすることができ、被処理粉体 4 の処理効率を向上することができる。

【 0 0 4 6 】

更に、粉体処理装置には、所定の処理ガスを圧縮した状態で貯留するガスボンベ 2 5 と、ガスボンベ 2 5 に貯留されているガスをケーシング 3 内部に供給する供給管 2 6 とからなるガス供給手段 2 4 が設けられている。

また、励起処理手段 2 0 が励起エネルギーとして放電プラズマを被処理粉体 4 に照射して、被処理粉体 4 に別物質を複合化する場合において、上記ガス供給手段 2 4 は、高エネルギーイオン源となるアルゴンガスやヘリウムガス、上記別物質を含むガス等のあらゆる処理ガスをケーシング 3 内に供給して、その処理ガスを良好に被処理粉体 4 に接触させ、複合化させることができる。

【 0 0 4 7 】

前記プレスヘッド 5 によって圧縮力及びせん断力を付与された被処理粉体 4 は、主に前記容器部材 3 の周壁 8 に設けた孔部 9 を介して外方に排出され、前記周壁 8 の外周部に形成した羽根部材 1 0 によって再び前記容器部材 3 の内部に循環させる。本構成により、摩碎面 5 a と堆積面 3 a との間隙 7 に挟まれた被処理粉体 4 を積極的に流動・循環させ、前記堆積面 3 a に対する被処理粉体 4 の付着量を少なくすることができる。

【 0 0 4 8 】

当該粉体処理装置のごとく、孔部 9 を介して混合粉体 4 を循環させる構成の装置を用いることとすれば、被処理粉体 4 に作用させる圧縮力等を適宜加減することができる。

例えば、前記孔部 9 の開口面積を広く設定しておけば、被処理粉体 4 は容器部材 3 の外部に容易に排出されるから、被処理粉体 4 に対する摩砕面 5 a の作用時間が短くなり、被処理粉体 4 に作用する圧縮力が結果的に弱まることとなる。逆に、前記孔部 9 の開口面積を狭く設定しておけば、被処理粉体 4 に対する摩砕面 5 a の作用時間が長くなり、前記圧縮力は強まることとなる。

【0 0 4 9】

このように、本実施形態の粉体処理装置を用いる場合には、被処理粉体 4 を摩砕処理及び励起処理を同時に行いながら、圧縮力等を任意に変更して最適な粉体処理条件を得ることが可能であり、優れた品質の複合粉体を得ることができる。

【0 0 5 0】

【実施例】

上記粉体処理装置を用いて、被処理粉体 4 としての酸化チタン粉体に別物質としての窒素元素を接触した状態で、摩砕処理及び励起処理を同時に行って、窒素を酸化チタン粉体に複合化させ、窒素含有酸化チタン粉体を得る場合の実施例について、以下に説明する。

【0 0 5 1】

〔実施例 1〕

本実施例 1 においては、ガス供給手段 2 4 によりケーシング 2 内に窒素ガスを供給してケーシング 2 内に窒素ガスを充填しながら、30 分程度の間、酸化チタン粉末を摩砕面 5 a と堆積面 3 a との間隙 7 において摩砕しながら、グロー放電プラズマを照射することで、窒素ガス中の窒素元素を酸化チタン粉末に複合化させて、図 3 に示すような X 線回折装置によるピーク波形を有する淡いクリーム色の窒素含有酸化チタン粉体を得ることができた。

【0 0 5 2】

〔実施例 2〕

本実施例 1 においては、酸化チタン粉末と尿素粉末とを混合した混合粉末を容器部材 3 内に投入し、ガス供給手段 2 4 によりケーシング 2 内に高エネルギーイオン源となるアルゴンガスやヘリウムガスを供給しながら、5 分から 30 分程度の間、その混合粉末を摩砕面 5 a と堆積面 3 a との間隙 7 において摩砕しながら

、放電プラズマを照射することで、尿素中の窒素を酸化チタン粉末に複合化させて、図4に示すようなX線回折装置によるピーク波形を有するクリーム色の窒素含有酸化チタン粉体を得ることができた。

また、図3と図4とを比較して、実施例2で得た窒素含有酸化チタン粉体は、実施例1で得た窒素含有酸化チタンのピーク特性に加えて、別のピーク特性を有することが確認され、更に、このピーク特性を有する化合物が、安定して窒素含有酸化チタン粉体に存在していることが確認された。

【0053】

上記の実施例1および2において、間隙7の幅を1, 3, 5mmとし、減圧手段により減圧されたケーシング2内の圧力を10Pa～1kPaの範囲内、電源部21により印加する電圧を500V～5000Vの範囲内、容器の回転速度、即ち、摩砕面5aの堆積面3aに対する相対移動速度を1m/s～30m/sの範囲内と設定したときに、良好に窒素含有酸化チタン粉体得ることができた。

【0054】

また、これら実施例1, 2で得た窒素含有酸化チタン粉体は、蛍光灯下においてメチレンブルーの分解性を示すことから、光触媒の機能を定性的に確認できた。

【0055】

上記実施例1及び2において、間隙7に発生させる放電プラズマの種類はグロー放電であるが、更に電圧を増すと、溶接で使われるアーク放電になり、このようにアーク放電によっても、酸化チタン粉体等の被処理粉体に窒素元素等の別物質を複合化させることが可能であると考えられる。

【0056】

〔別実施形態〕

上記実施形態の粉体処理装置において、励起処理手段20により放電プラズマを発生させる場合、特にアーク放電により放電プラズマを発生させる場合には、上記堆積面3a及び摩砕面5aのエッチングが汚染源になることが考えられるので、上記堆積面3a及び摩砕面5aを、被処理粉体と同じ材料等でコーティングすることが好ましい。

【 0 0 5 7 】

上記実施形態の粉体処理装置において、ケーシング 2 内を減圧するための減圧ポンプ 2 7 を減圧手段として設けたが、ケーシング 2 内の圧力が大気圧であっても、励起処理手段 2 0 によるグロー放電プラズマが可能であるため、酸化チタン粉体等の被処理粉体に窒素元素等の別物質を複合化させることが可能であると考えられ、よって、上記減圧手段を省略しても構わない。

【 0 0 5 8 】

上記実施形態の粉体処理装置において、励起処理手段 2 0 は、摩碎面 5 a と堆積面 3 a との間隙 7 にグロー放電又はアーク放電により放電プラズマを発生させて、被処理粉体 4 を活性化させる構成としたが、ケーシング 2 内の圧力が大気圧である場合には、励起処理手段 2 0 により間隙 7 にスパーク放電することも可能であり、間隙 7 にある被処理粉体 4 にこのスパークが流れることにより、ジュール熱が発生して活性化させるとともに微細化させ、別物質の被処理粉体への複合化が可能となる。

【 0 0 5 9 】

上記実施形態の粉体処理装置において、ガス供給手段 2 4 を設けケーシング 2 内に処理ガスを供給したが、空気環境下で摩碎処理及び励起処理を行う場合に、上記ガス供給手段 2 4 を省略しても構わない。

【 0 0 6 0 】

上記実施形態の粉体処理装置において、図 2 に示すように、励起処理手段 2 0 により間隙 7 に発生される放電プラズマの被処理粉体 4 に対する照射範囲を、例えば局所的なものに制限するための磁界を形成する磁界形成手段として、プレスヘッド 5 に磁石 2 8 を配置しても構わない。

【 0 0 6 1 】

上記実施形態の粉体処理方法及び粉体処理装置において、励起処理において、摩碎処理等の機械的処理が行われている被処理粉体に励起エネルギーとして放電プラズマを照射して、被処理粉体を活性化させたが、別に、励起エネルギーとして、紫外光やマイクロ波等の電磁波を照射して、被処理粉体を活性化させても構わない。例えば、励起処理において、アルゴン等の放電プラズマを併用して紫外光を

照射することで、被処理粉体の表面の吸着有機物を効率良く除去することができる。また、酸素含有雰囲気では紫外光の照射によりオゾンが発生するので、被処理粉体表面の吸着有機物を分解・酸化により除去することができる。

【 0 0 6 2 】

また、電磁波を照射する場合には、被処理粉体の吸収波長に応じて電磁波の波長を選択する。また、励起エネルギーとして電磁波を照射する場合には、励起エネルギー供給部（例えば、摩砕面）表面に石英、ガラス又はアルミナなどの材質の表面を形成し、励起エネルギー供給部の内部からその表面を介して励起エネルギーを照射することができる。

【 0 0 6 3 】

上記実施の形態において、プレスヘッド 5 を 1 つだけ設けたが、別に複数のプレスヘッド 5 を並設して、処理時間の短縮を図っても構わない。

また、複数のプレスヘッド 5 を並設する場合には、夫々のプレスヘッド 5 の摩砕面 5 a と堆積面 3 との間隙 7 の幅を互いに異ならせることで、摩砕処理において被処理粉体に付与される圧縮力及びせん断力、更には、励起処理において被処理粉体に付与される励起エネルギーの大きさを互いに異ならせても構わない。

【 0 0 6 4 】

また、被処理粉体 4 に励起エネルギーを付与する励起エネルギー供給部をプレスヘッド 5 の摩砕面 5 a としたが、励起エネルギー供給部を、上記プレスヘッド 5 とは別に設けても構わず、このように構成することで、被処理粉体の微細化促進更には均質性向上を図ることができる。

また、上記プレスヘッド 5 と摩砕面 5 a との間隙 7 とは別に、被処理粉体 4 が通過する間隙が存在する場合には、その間隙を挟む壁を上記励起エネルギー供給部として利用することができる。

【 0 0 6 5 】

また、放電プラズマ等の励起エネルギーを安定且つ正確な位置に照射するために、摩砕面等の励起エネルギー供給部を、被処理粉体側に突出する突部を設けた所謂剣山形状としても構わない。

【 0 0 6 6 】

上記実施の形態において、上記回転駆動手段 1 6 により回転される軸体 1 5 の駆動力の一部を使用して発電して、励起処理手段 2 0 の電源として利用しても構わない。

【0 0 6 7】

上記の実施の形態において、上記回転駆動手段 1 6 は上記軸体 1 5 を介して上記容器部材 3 のみを回転駆動することで、堆積面 3 a に対して摩砕面 5 a を堆積面 3 a に沿って相対移動させたが、別に、回転駆動手段 1 6 を、上記プレスヘッド 5 のみ、または、容器部材 3 とプレスヘッド 5 を回転駆動して、堆積面 3 a に対して摩砕面 5 a を堆積面 3 a に沿って相対移動させても構わない。

【0 0 6 8】

上記実施形態において、励起処理と同時にを行う機械的処理として、被処理粉体に圧縮力とせん断力とを付与して摩砕する摩砕処理を行う例を中心に説明したが、別に、機械的処理として、圧縮力、せん断力、衝撃力等の複数種の機械的な力から選択される少なくとも 1 つを、被処理粉体に付与することで、被処理粉体の表面又は表面近傍に歪を与えて転移又は欠陥等により活性化する処理を行うことで、本発明の効果を奏することができる。

また、かかる機械的処理としては、例えば、回転ドラム型混合機、衝撃式粉碎機、ボールミル、ジェットミル、ローラミル等による攪拌又は粉碎処理などを挙げることができる。また、このような機械的処理を行う装置において、励起エネルギー供給部は、被処理粉体が通過する間隙を形成する壁や、被処理粉体を機械的処理するための軸や、新たに設けた電極端子等を利用して、構成することができる。

【0 0 6 9】

上記実施の形態では、酸化チタンの被処理粉体の表面に、窒素元素を複合化させて、窒素含有酸化チタンの複合粉体を製造する構成を中心に説明したが、例えば、金属粉体とセラミックス粉体との一方を被処理粉体とし他方を別物質として金属とセラミックスとの複合粉体を製造したり、被処理粉体としてのカーボンナノチューブに別物質としてのカーボンとは別の元素を複合化させるなどのように、本発明に係る粉体処理方法及び粉体処理装置により、あらゆる複合粉体を製造

可能である。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

粉体処理装置の概略立面図

【図 2】

粉体処理装置の概略平面図

【図 3】

粉体処理装置で得た窒素含有酸化チタン粉体の X 線回折装置による解析結果を示す図

【図 4】

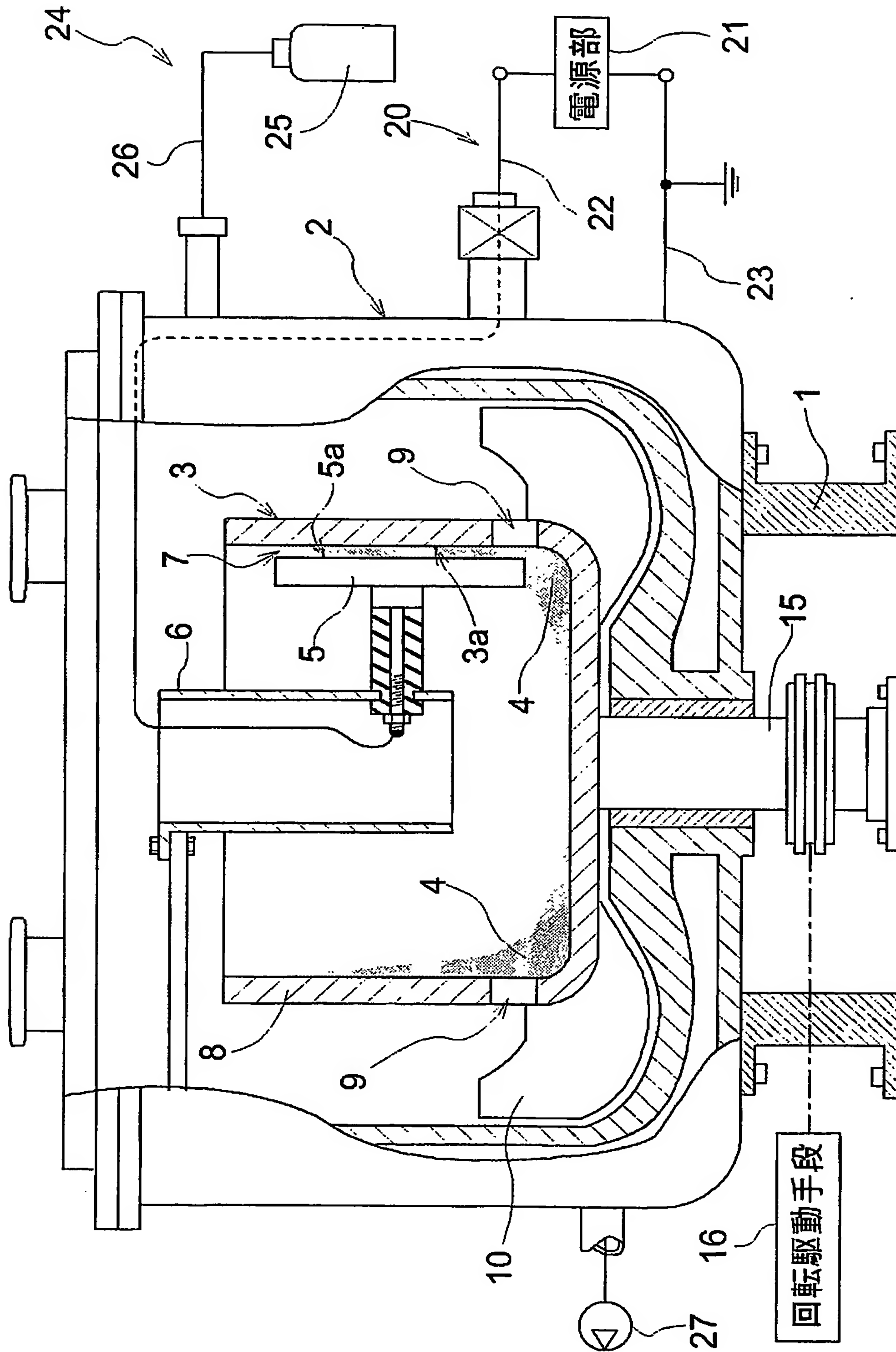
粉体処理装置で得た窒素含有酸化チタン粉体の X 線回折装置による解析結果を示す図

【符号の説明】

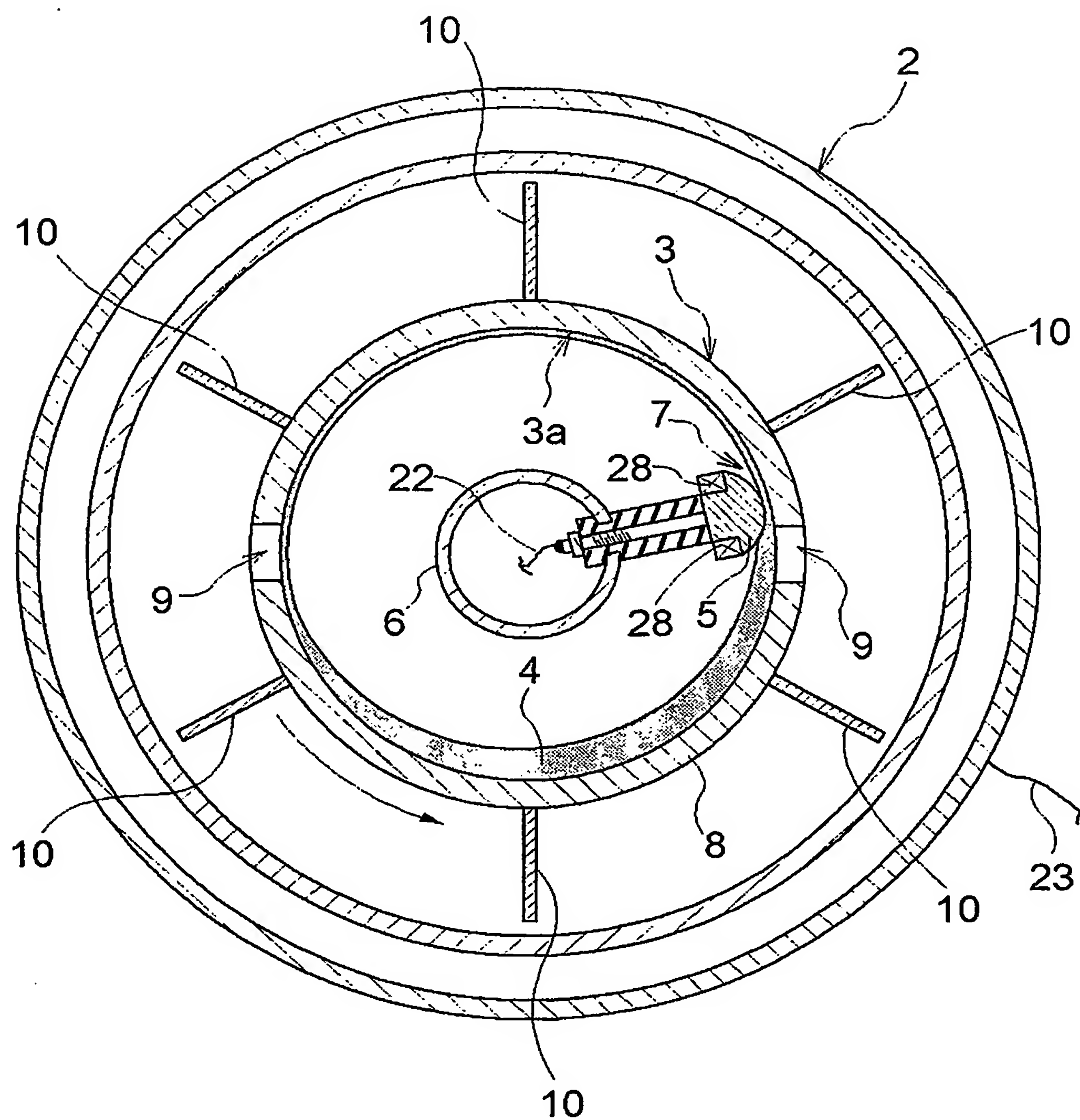
- 1：基台
- 2：ケーシング
- 3：容器部材
- 3 a：堆積面
- 4：被処理粉体
- 5：プレスヘッド（摩砕部材）
- 5 a：摩砕面（励起エネルギー供給部）
- 7：間隙
- 1 6：回転駆動手段
- 2 0：励起処理手段
- 2 4：ガス供給手段
- 2 7：減圧ポンプ（減圧手段）
- 2 8：磁石（磁界形成手段）

【書類名】 図面

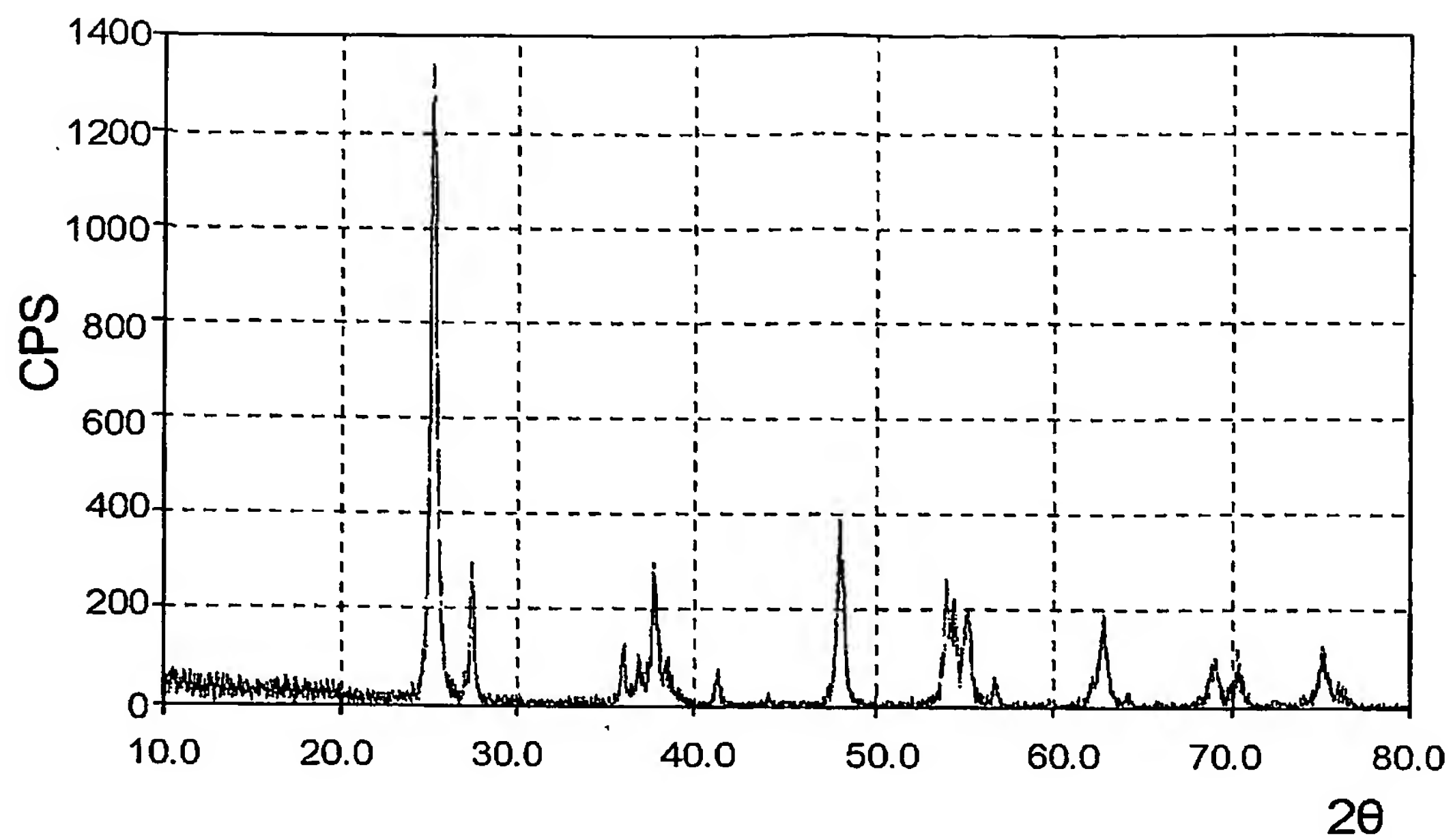
【図 1】



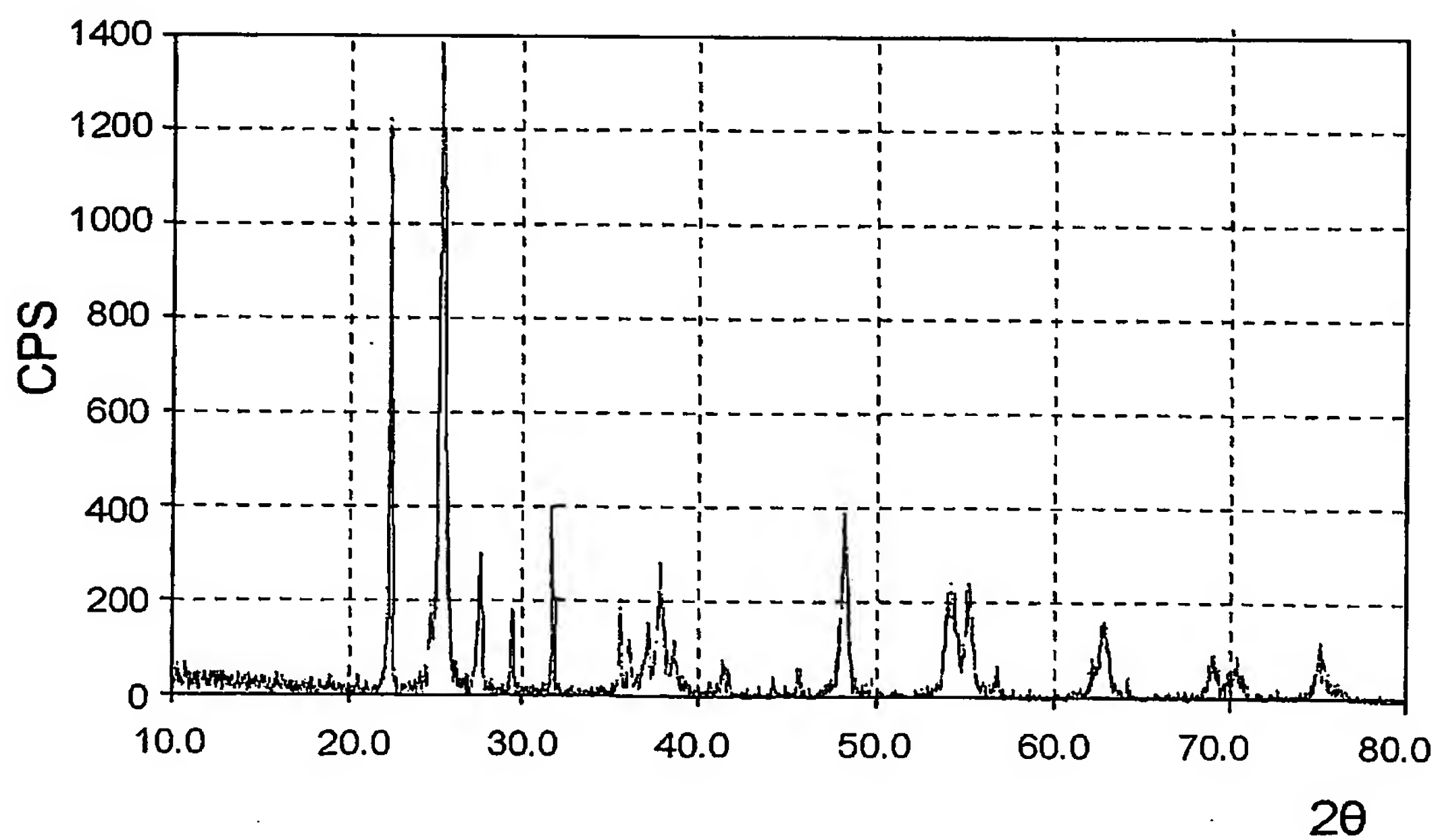
【図 2】



【図 3】



【図 4】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 本発明の目的は、簡単且つ高効率に金属酸化物等の被処理粉体に所定の別物質を複合化させて複合粉体を得ることができる技術を提供する点にある。

【解決手段】 被処理粉体 4 が内部に供給される有底円筒状の容器部材 3 と、容器部材 3 の堆積面 3 a に対向配置され凸状に湾曲する摩砕面 5 a を有する摩砕部材 5 と、容器部材 3 及び摩砕部材を相対回転させる回転駆動手段 1 6 とを備え、堆積面 3 a に対して摩砕面 5 a を堆積面 3 a に沿って相対移動させることで、堆積面 3 a と摩砕面 5 a との間隙 7 で被処理粉体 7 に圧縮力とせん断力とを付与して摩砕する機械的处理としての摩砕処理を行いながら、堆積面 5 a に対向配置された励起エネルギー供給部 5 a から、堆積面 3 a に堆積している被処理粉体 4 に、励起エネルギーを付与する励起処理を行う。

【選択図】 図 1

特願 2 0 0 3 - 1 7 6 1 1 5

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[5 0 2 3 6 0 3 6 3]

1 . 変 更 年 月 日

2 0 0 2 年 1 0 月 3 日

[変 更 理 由]

新 規 登 録

住 所

大 阪 府 大 阪 市 中 央 区 瓦 町 二 丁 目 五 番 十 四 号

氏 名

株 式 会 社 ホ ソ カ ワ 粉 体 技 術 研 究 所